1 / 1

PATENT ABSTRACTS OF TAPAN

(11) Publication number:

2000-048763

(43) Date of publication of application: 18.02.2000

(51) Int. Cl.

H01T 49/14

H01T 27/20

H01J 37/08

// G01N 27/62

(21) Application number: 10-209680

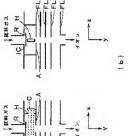
(71) Applicant : JEOL LTD

(22)Date of filing: 24.07.1998 (72) Inventor: NUKINA YOSHIHIRO

(54) ELECTRON IMPACT ION SOURCE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an ion source which is excellent in convergence of the ion beam even when the ion acceleration voltage is as low as 100 V, high in sensitivity, and stably operated for a long time. SOLUTION: When the thermoelectron passing through a rectangular thermoelectron passing hole H extending in the drawing direction (y-axis direction) of the ion from a filament F is impacted against a sample gas introduced in an ionization chamber IC, the ion is generated from the sample gas. This ion is drawn from an ion draw-out slit A. Since the thermoelectron passing hole H is extended in the v-axis direction, the ion is least cut by the ion draw-out slit A. and is efficiently drawn out of the ionization chamber IC. Thus, most of the generated ions are drawn out and effectively used, the efficiency of the sample ion to be drawn out of the ionization chamber IC is increased, and the sensitivity is improved. The



drawn-out ion is formed into the ion beam small in opening angle and high in convergence by electrostatic converging lenses FL of a specified number.

1 of 1 7/2/2010 11:46 AM

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-48763 (P2000-48763A)

(43)公開日 平成12年2月18日(2000.2.18)

(51) Int.Cl.7		識別記号	FΙ			テーマコート*(参考)
H01J	49/14		H01J	49/14		5 C O 3 O
	27/20			27/20		5 C 0 3 8
	37/08			37/08		
# G01N	27/62		G 0 1 N	27/62	G	

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全 8 頁)

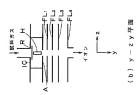
(21)出願番号	特顯平10-209680	(71)出職人 000004271
		日本電子株式会社
(22)出順日	平成10年7月24日(1998.7.24)	東京都昭島市武蔵野3丁目1番2号
		(72)発明者 貫名 義裕
		東京都昭島市武蔵野三丁目1番2号 日本
		電子株式会社内
		(74) 代理人 100094787
		弁理士 青木 健二 (外7名)
		Fターム(参考) 50030 DD04 DE02 DE04 DE10
		50038 GC01 GH02 GH11 GH13

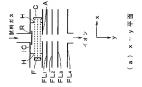
(54) 【発明の名称】 電子衝撃型イオン源

(57) 【要約】

【課題】イオン加速電圧が100V以下の低電圧でも、 イオンビームの収束性により優れ、高感度で長時間安定 して動作する電子衝撃型イオン源を提供する。 【解決手段】イオン化室 | C内に導入された試料ガス

に、フィラメントFから、イオンの引出方向(y軸方 向)に延びる矩形の熱電子通過孔Hを通ってくる熱電子 が衝撃すると、試料ガスからイオンが発生する。このイ オンは、イオン引出スリットAから引き出される。この とき、熱電子通過孔Hはy軸方向に延びているので、イ オンはイオン引出スリットAでほとんどカットされな く、効率よくイオン化室「Cから引き出される。したが って、発生したほとんどのイオンが引き出されて有効利 用され、イオン化室「Cから引き出せる紅料イオンの外 率が上昇し、感度が向上する。引き出されたイオンは所 定数の静電収束レンズFLによって開き角度の小さい収 東性の高いイオンビームにされる。





【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料が導入されてこの試料をイオン化するイオン化度をイオン化度を 前記試料に衝撃して試料をイオン化する熱電子を発生するフィラメントと、このフィラメントの張り付け方向に沿って設けられ、前記熱電子のイオン化室内での空間的な広がりを限定する足形の熱電子通過入と、前記イオン化室内のイオンを引き出す温のイオン引出スリットとを少なくとも備え、前記イオン化室内に導入された試料に前記熱電子が衝撃することにより試料をイオン化を高速・イオン化を高速を発撃のイオンを表していまり、

前記フィラメントは、フィラメントの面が前記イオン化 金からイオンを引出加速する方向に沿って配置されて接 り付けられているとともに、前記熱電子通過孔はその長 手方向がイオンを引出加速する方向となるようにして前 記フィラメントの張り付け方向に沿って設けられている ことを特徴とする電子衝撃型イオン源、

[請求項2] 更に、前記イオン引出スリットの後方に 所定数の辞電収束レンズがイオン引出方向に沿って配設 されており、これらの辞電収束レンズのそれぞれに印加 する電圧が、それぞれ前記イオン引出スリットから引き 出されたイオンの開き角度が最小となるように設定され ていることを特徴とする請求項1記載の電子衝撃型イオ ン源。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、試料から発生した イオンを加速することにより、試料のイオンを質量の大 きなイオンと異型の小さなイオンとに分離してイオン検 出器に導入し、試料の質量分析を行う質量分析計におい て、試料からイオンを発生させるイオン源の技術分野に 居し、特に、イオンの加速電圧が低加速電圧をありなが ら、イオンの収束性必優れ、高感度で長時間安定して動 作する電子衝撃型イオン源(Electron Impact Ion sour ce: Elイオン源)の技術分野に属するものでをある。

[0002]

【従来の技術】従来、質量分析計として、試料から発生 させたイオンを加速することにより、試料のイオンを質

t_{xF} ≒ ∟√m/2∪

L:TOFMS全飛行距離(So+d+1) t_{XF}:TOFMS全飛行時間 m:イオン(m/z)の質量

U :TOFMSを飛行するイオンの乙方向の運動エネルギ

[0008] にしたがって質量分離され、質量の小さい イオンから順次イオン検出器 8 に検出される。ところ で、この0A/T0Fの外部イオン源1に用いられているイオ ン源の1つに、前述のE 1イオン海がある。

【0009】図6はこのEIイオン源の一例を模式的に示し、(a)はそのx-y平面図、(b)はそのy-z平面図である。図中、ICはイオン化室、Rはイオンを

量の大きなイオンと質量の小さなイオンとに分離して質量分析器に導入し、試料の質量分析を行う飛行時間配質量分析計で「OFME)が提案されている。この飛行時間型質量分析計は、イオンに同一運動エネルギを与えたとき、イオンの質量電荷比(例:質量数)が小さいものほど、イオン検出器に早く到途することを利用しているに従来、イオンを連続的に出射する連続イオン化法を用いた垂直加速型飛行時間型質量分析計(Orthogonal Acceleration TOFMES: GM/TOF)が提案されている。

[0004] 図5は、この0A/TOFの一例を模式的に示す 図である。図中、1は外部イオン源、2はビーム規制ス リット、3は長さy0のイオン海、4はイオン押出ー ート、5はイオン溜3のイオン放出口に設けられたグリ ッド、7はTOFMS分光部、8はイオン検出器である。

【0005】分析試料は電圧V1が印加されている外部イオン源で連続時にイオン化され、このイオンは楽却スエネルギ(eV1)で加速されて、イオン規制スリット2を通ってイオン溜3に導入され、イオン溜3内をイオンの飛行方向(y軸方向)にドリフトしながら飛行する。そして、このイオンが最くりのイオン溜3を充満した状態で、イオン押出プレート4に任意の適当な時間間隔でイオン押出プレス用の高電圧パルス(振幅電圧・2)を印加すると、グリッド5が接地電位または接地電位近傍の電位に保持されているので、イオン溜3内のイオンは、運動エネルギ(eV2)でy軸方向と重直な「ONISの光能力所(z 車右内)に加速され、イオン溜3のグリッド5から排出される。このとき、イオンはドリフト方向の長さりの(イオン溜3の長さ)のビーム長分が排出される。このとき、イオンはドリフト方向の長さりの(イオン溜3の長さ)のビーム長分が排出される。

[0006] イオン溜3から排出されたイオンはTOFMS 分光部7に進入し、TOFMS分光部7内を飛行した後、イ オン検出器8に到達する。このとき、イオンはTOFMS分 米部7内の飛行中に、

[0007] 【数1】

押し出すためのイオンリペラ、Fは熱電子発生用のフィ ラメント、Hは熱電子通過孔、Aは引出スリット、Bは 収束レンズ、Cは熱電子コレクタである。

【0010】 フィラメントFは、直径約0.15~0.2 0mmφのタングステンまたはレニウム線で、両ステム 間通常8~10mmの距離を持つ2本のステム間にコイ ル状にしたものかまたは直線状に張り付けられている。 その場合、フィラメントFは、その平面がイオン化室 I たからイオンを引き出し加速する方向(y方向)に対し て直角方向(2方向)に取り付けられている。このフィ ラメントFから発生した熱電子は、50~100e Vの 運動エネルギを与えられて試料ガスに衝撃することによ り、試料ガスをイオン化するようになっている。

【0011】また、矩形の熱電子通過孔 Hは、イオン化 室 I C内にフィラメント F の張り付け方向に沿って設け られており、この熱電子通過孔 H のサイズは、一般にイ オンを引き出す方向(ソ方向)に対して1~2 mmの幅 は、また 2 方向に対して5 mmの 長さに設定されてい る。すなわち、熱電子通過孔 H は、その長手方向がイオ ンを引き出す方向と直交する方向になるように、換言す ればメ 方向に実験られて配置されている。

[0012] とのように、熱電子通過孔Hのり方向が繋 められている理由は、次の通りである。すなわち、イオン押出ためのイオンリベラト電圧と収束レンズB電圧か らのはみ込み (または侵入) 電圧により、イオン化室 I C内において y方向に電位傾斜が生じるようになる。通 家、この電位傾斜の値は、繋がト的後である。そし て、このり方向の電位傾斜により、イオン化室 I C内の 主として y方向に分布するガス試動のイオン化された位 個の違いによって、イオンの運動コスキンギルをなるため に、運動エネルギ輯△Fを生じてしまう。そこで、この 運動エネルギ輯△Fを極力制限するために、図6 (b) に示すように矩形の熱電子過過孔Hを設けて、熱電子の イオン化室! に内でのソ方向の空間的な広がりを限定し ている。この熱電子通過孔Hによる熱電子のソ方向の空 間的な広がりを限定することは、磁場型質量分析計や四 重極質量分析計においては、所定の質量分解能を確保す るために必要不可欠となっている。

【0013】更に、熱電子コレクタCは、イオン化室 I C内で熱電子通過孔Hに対向する位置に設けられた Hとほぼ同サイズの穴から構成され、単に、イオ・2八 I C内を貫通する電子電流をモニタ・制御しているだけ ではなく、イオン化室 I Cのこの部分に熱電子が当た リ、コンタミネーションが生じないようにするかあるい は最小に止めるためである。

【0014】更に、引出スリットAはイオン化室IC内 に設けられた、イオンを引き出すためのスリットであ り、z方向に1.0~2.0mm構で、x方向に5~10 mmの長での矩形に設定されているか、またはzmmφ 前後の円形に設定されている。このEIイオン源によっ て得られる、ガス試料のイオン電流I⁺は、 [0015]

【数2】

 $I^+ = k \sigma n L \times Ie$

k :イオン電流引出し効率

び : 気体分子の衝突断面積

n :分子密度

11 万丁省及

L : イオン化室内での熱電子の飛行距離 le: イオン化室内を貫通する電子電流

【0016】で与えられる。この数式2により明らかなように、イオン電流 I + はイオン化室 I C内を貫通する電子電流 I aに比例する。

[0017]

【0018】更に、イオンが電子通過孔Hの長手方向 (z方向)に広がるため、イオン溜3へ入射する入射角 が大きくなり、イオンの収束性があまり良好ではないと いう問題もある。

[0019] また、より分解能を高めるために、磁場型質量分析計や四重電程質量分析計等に用いられている、1~2mmの内形の細乳からなる通過乳扎り場合には、イオン化室 [Cを買通する患予電流をある一定値に確保するために、必然的にフィラメント電流が増大することになり、フィラメントからの全熱電子放出量に対するイオン化室 [Cを覆する電子電流量の比が低下するため、必然的に熱電子通過乳計およびこの周辺のコンタミネーションが起こりやすくなり、イオン化室 [Cの洗浄インターバルが起てたる)

[0020] 本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであって、その目的は、イオンの加速電圧が100ポルト以下の低電圧であっても、イオンビームの収束性により優れ、高感度で長時間安定して動作する電子衝撃型イオン源を提供することである。

[0021]

【課題を解決するための手段】前述の課題を解決するた

めに、請求項 1 も発明は、試料が導入されてこの試料をイオン化するイオン化金と、前記試料に簡単して試料をイオン化さる熱電子を発生するフィラメントと、このフィラメントの張り付け方向に沿って設けられ、前記熱電子のイオン化室内での空間的な広がりを限定する形形の熱電子通過系と、前記イオン化室内に導入された試料に前記熱電子が衝撃することにより試料をイオン化する電子衝撃型イオン深において、前記フィラメントが、フィラメントの面が前記イオン化室からイオンを引出加速する方向に沿って配置されて張り付けられているとともに、前記総マオジトの張りがは、前記総電子通過孔はその長手方向がイオンを引出加速する方向となるようにして前記フィラメントの減り付け方向に沿って設けられているとともで

[0022] また、競球項2の発明は、更に、前記イオン引出スリットの後方に所定数の静電収束レンズがイオン引出方向に対って配設されており、これらの静電収束レンズのそれぞれに印加する電圧が、それぞれ前記イオン引出スリットから引き出されたイオンの間き角度が最小となるように設定されていることを特徴としている。 [0023]

【作用】このような構成をした本発明の電子衝撃型イオ ン源においては、イオン化室内に導入された試料に、フ ィラメントから、イオンの引出方向(イオンの飛行方 向) に延びる矩形の熱電子涌過孔を涌ってくる熱電子が 衝撃すると、試料からイオンが発生する。このイオン は、イオン引出スリットから引き出される。このとき、 熱電子通過孔はイオン引出方向に延びて、このイオン引 出方向と直交する方向に狭められているので、イオンは イオン引出スリットでほとんどカットされなく、効率よ くイオン化室から引き出されるようになる。したがっ て、フィラメントの熱電子の衝撃によって発生されたほ とんどのイオンが引き出され、有効利用されるようにな る。これにより、イオン化室から引き出せる試料イオン の効率が上昇し、感度が向上するようになる。しかも、 このように試料イオンの引出効率が上昇することから、 イオン化室の電圧を100ボルト以下の低電圧にするこ とが可能となる。

[0024] また、イオン引出スリットから引き出されたイオンは、所定数の静電収束レンズによってその広がりが抑制されて、開き角度の小さい収束性の高いイオンビームを形成するようになる。

[0025]

【発明の実施の形態】以下、図面を用いて本発明の実施 の形態を説明する。図 1 は、本発明にかかる電子衝撃型 イオン湯の実態の形態の一般を部分的に示す図である。 【0026】 前述の図6に示す外部イオン源1を構成す るE | イオン源では、フィラメントドが、その平面が 方向となるように取り付けられているとともに、矩形の 熱電子通過孔HがフィラメントFの張り付け方向に沿っ て設けられてv方向に狭められて設けられているが、こ の例の外部イオン源1を構成するEIイオン源は、図1 (a) に示すようにフィラメントFが、その平面が図6 に対してx軸回りに90°回転したv方向となるように 取り付けられているとともに、矩形の熱電子通過孔Hが 同様に図6に対してx軸回りに90°回転したフィラメ ントFの張り付け方向に沿って設けられてy方向に長く なるようにして設けられている。すなわち、熱電子通過 孔Hは、イオン化室IC内の電位傾斜に沿ったy方向の 空間的に広がりを制限しないにようにして、 y 軸方向5 mmの長さで z 軸方向 1,0~2,0 mmの幅の矩形孔と して形成されている。これによって、フィラメントFと して、例えば長さ約8mm、外径2.0mmφのタング ステン線を直線状に張り付けた場合、電子の加速電圧が 500 V以上では、600 µ A の電子電流でも、図6の FIイオン源と同様にフィラメントFから放出される熱 電子の80%以上がイオン化室 I C内を飛行し、コレク タに到達させることができる。

【0027】また、OA/TOFMSに対して、外部イオン源1

【0029】更に、この例のEIイオン源は、図2に示すように4枚の第1ないし第4静電収束レンズFL1,F L2,FL3,FL4が引出スリットAの後方にてれらの順 に配設されている。その場合、第1および第3静電収束 レンズFL1,FL3がフラットに形成されているととも に、第2および第4静電収束レンズFL2,FL4が新面 1字形に形成されている。

め、V1の値がターンアラウンドエフェクトへの影響を

支配するようになる。

(0030] 一般に、電圧V けが小さくなると、イオンのイオン溜3への入射角(±θ)が大きくなる傾向にあり、したがって、特に0A/TOFMでのターンアラウンドエフェクトへの影響を最小化するには、V 1の値とともに入射角(±θ)を最小化する必要がある、そのために、イオン引出スリット A 以降の第1ないし第4 辞電収束レンズF L 1, F L 2, F L 3 F L 4 を最適化する必要が

ある。

【0031】いま、イオン引出スリットAの径を2.0 mmφに、イオン化室ICの電位V1を+30ボルト に、イオンリペラRの電圧を+33ボルトに、およびイ オン溜3の電位を0ボルトにそれぞれ設定したとき、第 1ないし第4静電収束レンズFL1, FL2, FL3, FL4 を最適化するには、それぞれの電圧はある幅を有する が、およそ-0.30×V1、-40×V1、-7.0×V 1、-3.0×V1に設定される。このように第1ないし 第4静電収束レンズFL1, FL2, FL3, FL4を最適化 した状態でのイオンビームの軌道を計算した結果、図2 および図3に示すようなイオン軌道が得られるととも に、図4に示すような電位分布が得られた。これによる と、イオンビームはイオン引出スリットAを通過した 後、第1ないし第4静電収束レンズFL1, FL2, FL3, FL4によってイオンの広がりが抑制され、イオンのイ オン溜3への入射角(+0)が小さく抑えられることが わかった。

【0032】このように構成されたこの例のEIイオン 源においては、イオン化室IC内に導入された試料に、 フィラメントFから、イオンの引出方向(v軸方向)に 延びる矩形の熱電子通過孔Hを通ってくる熱電子が衝撃 すると、試料からイオンが発生する。このイオンは、イ オン引出スリットAから引き出される。このとき、熱電 子通過孔Hはy軸方向に延びて、z軸方向に狭められて いるので、イオンはイオン引出スリットAでほとんどカ ットされなく、効率よくイオン化室ICから引き出され るようになる。したがって、フィラメントFの熱電子の 衝撃によって発生されたほとんどのイオンが引き出さ れ、有効利用されるようになる。これにより、イオン化 室ICから引き出せる試料イオンの効率が上昇し、感度 が向上するようになる。しかも、このように試料イオン の引出効率が上昇することから、イオン化室ICの電圧 V1を100ボルト以下の低電圧にすることが可能とな る。

[0033] また、イオンのほとんどが有効利用される ととにより、イオン引出スリットAの近傍周縁に、イオ ンによるコンタミネーションがほとんど生じなくなる。 このため、イオン化室 I Cが汚れなくなり、イオン化室 I Cは展時間にわたって安定して使用することが可能と なる。

【0034】更に、熱電子通過孔Hがy軸方向に延びて いることから、前述の従来に比べて熱電子が熱電子通過 孔Hを衝撃するおそれは小さくなる。これにより、熱電 子通過孔H近傍のコンタミが少なくなり、同様にしてイ オン化室 【0の長寿命化が可能となる。

 性の高いイオンビームを得ることができる。

【0036】更に、フィラメントFからの同一エミッション量を得るためのフィラメント加熱電流の節約ができると共に、イオン化室ICのフィラメントFからの輻射 熱が低減でき、熱に弱い 試料化合物の熱分解が抑えやす くなる副次的効果も得られる。

【0037】なお、第2静電収束レンズFL2、の断面が 上字形に設定されているが、各辺の長さaとbの比を任 窓に選ぶことができ、場合によっては、b=0としたフ ラットな形状にすることもできる。

[0038] また、静電収束レンズは4枚に限定される ことなく、何枚でもかまわない。更に、イオン軌道計算 結果においても、実際のイオン源の製作においても、デ イメンジョンの選択に対して相似則が成り立つことは言 うまでもない。

[0039]

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明の飛行時間型質量分析計にまれば、熱電子通過孔をイオン引出方向に延びるようにして設けているので、イオンをイオン引出カルに基である。したがって、フィラオン化室から引き出すことができる。したがって、フィラオンを、有効利用することができるようになる。これにより、イオン化室から引き出せる試料イオンの効率を上昇でき、聚度を向上させることができる。しかも、このように試料イオンの引出効率が上昇することから、イオン化室の電圧を100ボルト以下の低電圧にすることが可能となる。

[0040] また、イオンのほとんどを有効利用できる とにより、従来、イオンによりイオン引出スリットの 近傍周縁に生じていたコンタミネーションを防止でき る。これにより、イオン化室の汚れを防止でき、イオン 化室を長時間にわたって安定して使用することが可能と なる。更に、熱電子通過孔がイオン引出方向に延びてい ることから、従来に比べて禁電子が熱電子通過孔も近傍のコンタ するおそれが小さくなり、熱電子通過孔り近傍のコンタ まを抵減できる。こうして、イオン化室の長寿命化が可 能となる。

100411更に、所定数の静電収束レンズによって、 イオン引出スリットから引き出されたイオンの広がりを 抑制しているので、開き角度の小さい収束性の高いイオ ンピームを形成できるようになる。しかも、イオン消化 直発する方向において、光環サイズを小さくでき、イオ ン加速電圧が低加速電圧にできるため、イオン引出方向と 直交する方向において、光環サイズを小さくでき、イオ ン加速電圧が数十ポルトであっても、0A/TOFISに適した 開き角度の小さい収束性の高いイオンピームを更に一層 得ることができる。

【0042】更に、フィラメントからの同一エミッション量を得るためのフィラメント加熱電流の節約ができると共に、イオン化室のフィラメントからの輻射熱が低減

でき、熱に弱い試料化合物の熱分解が抑えやすくなる副 次的効果も得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明にかかる電子衝撃型イオン源の実施の 形態の一例を模式的に示し、(a)はそのx-y平面 図、(b)はそのy-z平面図である。

【図2】 図1に示す例の電子衝撃型イオン源の静電収 東レンズを具体的に示す図である。

【図3】 図2に示す静電収束レンズ部分の部分拡大図である。

【図4】 図1ないし図3に示す例の電子衝撃型イオン 源におけるでに分布を示す図である。

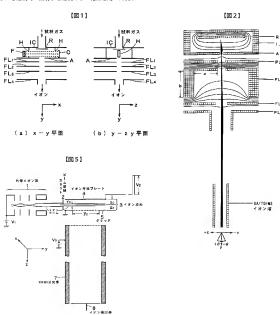
【図5】 本発明の電子衝撃型イオン源も適用される、 イオンを連続的に出射する連続イオン化法を用いた従来 の垂直加速型飛行時間型質量分析計の一例を模式的に示 す図である。

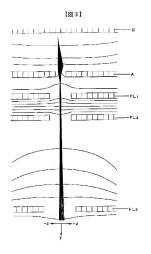
【図6】 従来の電子衝撃型イオン源の一例を模式的に 示し、(a) はそのx-y平面図、(b) はそのy-z 平面図である。

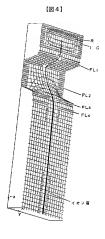
【図7】 従来の電子衝撃型イオン源におけるイオン引出効率を説明する図である。

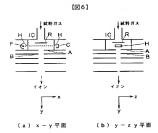
【符号の説明】

IC…イオン化室、F…フィラメント、H…熱電子通過 孔、A…イオン引出スリット、R…イオンリヘラ、FL 1…第1静電収束レンズ、FL2…第2静電収束レンズ、 FL3…第3静電収束レンズ、FL4…第4静電収束レン ズ、C…熱電子コレクタ









【図7】

